

Patente Nro.

AR 015457 B1

Concedida

25/10/2006

Fecha de vencimiento

21/09/2018

Acta Nro.

P 98 01 04719

Presentada

21/09/1998

Clase

D01F11/06 D06M 15

Título

FIBRAS DE POLIPROPILENO PARA EL REFUERZO D

PRODUCTOS DE FIBROCEMENTO, PROCESO PARA E

TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE FIBRAS DE POLIPROPILENO,

PRODUCTO FORMADO EN FIBROCEMENTO

Solicitante/Titular

REDCO S.A.

Domicilio

Kuiermanstraat, 1

(B-1880) Kapelle-op-den-Bos

BELGIUM

Prioridad:

EP - 97203209.8 - 15/10/1997

Reválida

Adicional

Divisional

Carpeta

201.625

TETR 7174/98 AR

20102016250300

Productos formados con fibrocemento y fibras de refuerzo para dichos productos

La presente invención se refiere a una nueva fibra de refuerzo para productos formados con fibrocemento, a un procedimiento de tratamiento de esta fibra, así como también a los productos de fibrocemento reforzados con esta fibra.

Con fibrocemento se realizan productos sólidos formados de las más diversas formas, tales como, entre otras, elementos de techado y fachadas tales como tejas, placas planas u onduladas, tubos y depósitos para almacenamiento.

Estos productos sólidos formados se fabrican a partir de una suspensión acuosa de toma hidráulica que comprende aglomerantes hidráulicos, fibras de refuerzo y eventualmente cargas. Esta suspensión acuosa se mezcla con el propósito de obtener una distribución de substancia uniforme de los componentes. La suspensión es luego escurrida. El producto fresco así obtenido puede ser luego configurado, por ejemplo en forma de placa plana, placa ondulada o en forma de tubo. A continuación se deja endurecer el producto fresco configurado bajo condiciones atmosféricas o bien bajo condiciones de presión, bajo temperatura y humedad específicas.

El procedimiento de fabricación más extendido es el procedimiento Hatschek, cuya tecnología, aplicada originalmente a amianto-cemento, se ha descrito exhaustivamente en la obra "Asbestzement" de Harald Klos (Springer Verlag, 1967). Otros procedimientos de fabricación, son, por ejemplo, los procedimientos Magnani, Mazza, Flow-on, de extrusión y de inyección.

El procedimiento Hatschek se basa en la utilización de máquinas de

escurrimiento de tamiz cilíndrico. En este procedimiento, una estera proveniente AF

de una suspensión diluída de amianto y de cemento contenida en una cuba, es transferida a un fieltro, mediante un embudo cilíndrico, y a continuación se enrolla hasta el espesor requerido con ayuda de cilindros formadores, Para la fabricación de hojas onduladas, la hoja de amianto-cemento formada sobre el cilindro

201.625

market in the

formador es cortada y desprendida de este cilindro después de alcanzar el espesor deseado. Esta hoja se configura a continuación y se deja endurecer entre las formas de metal ondulado aceitado.

Para algunas aplicaciones, demostró ser útil comprimir el producto fresco después de darle forma, pero antes de endurecerlo (post-compresión). De este modo se hace una distinción entre los productos formados con fibrocemento no comprimido y los productos formados con fibrocemento comprimido. Los productos formados con fibrocemento comprimido fueron comprimidos entre el momento de su formación y de su endurecimiento, bajo una presión igual o superior a 4,9 MPa (50 kgf/cm²). Habitualmente, estos productos formados con fibrocemento comprimido se someten en estado fresco a presiones de entre 9,8 MPa y 24,5 MPa (entre 100 y 250 kgf/cm²).

El amianto presenta tanto propiedades de refuerzo debidas a su resistencia a la tracción propia, como cualidades de utilización en relación a la excelente aptitud para la dispersión en una suspensión acuosa de cemento. En la etapa de escurrimiento, debido a sus buenas propiedades de filtración y la buena afinidad para el cemento, las fibras de amianto pueden retener las finas partículas en suspensión de la mezcla compuesta en el curso de la configuración. En el producto final hidratado, la alta resistencia a la tracción, combinada con el módulo de elasticidad elevado y el débil alargamiento a la ruptura, contribuyen a conferir a los productos manufacturados con amianto-cemento, su elevada resistencia a la flexión conocida.

Sin embargo, el amianto se ha convertido en un compuesto indeseable por razones relacionadas con el medio ambiente y la salud y se han consagrado importantes esfuerzos a las tentativas de reemplazarlo.

Es por lo tanto conveniente utilizar nuevas fibras como agentes de refuerzo y también como auxiliares de puesta en práctica para utilizarlas como

aglomerantes hidráulicos, por ejemplo para reforzar el cemento.

No se ha descubierto ninguna fibra natural o sintética que manifieste todas las propiedades de las fibras de amianto. La resistencia a los álcalis en las soluciones saturadas de hidróxido de calcio es un criterio particular al cual deben responder las fibras de refuerzo.

Es también importante que las fibras puedan dispersarse fácilmente en una suspensión acuosa diluida de cemento y que puedan permanecer también uniformemente dispersadas cuando se efectúa el aporte de otros aditivos cuando dichas fibras deben ser utilizadas en técnicas de escurrimiento para la obtención de productos de fibrocemento. Al mismo tiempo es importante la buena dispersión de las fibras para que no formen aglomerados y para que la densidad de las fibras sea homogénea en el producto de fibrocemento terminado, pero también para que las fibras no se orienten en una dirección común

Efectivamente, si las fibras adoptaran una dirección preferencial, el producto de fibrocemento tendría una resistencia diferente según la dirección de la fuerza de ruptura.

La literatura contiene ya innumerables publicaciones a propósito de la utilización de diversas fibras orgánicas e inorgánicas naturales o sintéticas. Las fibras constituídas por celulosa, poliamida, poliéster, poliacrilonitrilo, polipropileno y poli(alcohol vinílico), entre otras han sido objeto de investigaciones relacionadas con el refuerzo del cemento. Asimismo, se conocen trabajos sobre las fibras formadas con vidrio, acero, aramida y carbono. Entre todas estas fibras, ninguna tiene hasta el presente todas las propiedades requeridas, especialmente para el cemento.

Por ejemplo, el vidrio tiene baja estabilidad química, el acero manifiesta corrosión y tiene una densidad demasiado elevada, el carbono es demasiado quebradizo, se adhiere mal y tiene un precio elevado, la celulosa tiene insuficiente

durabilidad, y el polietileno y el polipropileno comunes tienen una resistencia a la tracción insuficiente.

Entre las fibras de refuerzo actualmente utilizadas, generalmente se prefieren las fibras de poliacrilonitrilo (PAN) y de alcohol polivinílico (PVA). En forma aislada o en combinación, estas fibras permiten procurar un producto configurado de fibrocemento que tiene una resistencia a la tracción elevada, en combinación con una ductilidad aceptable. Desgraciadamente, las fibras e PAN y de PVA son caros y aumentan considerablemente el costo total de los productos de fibrocemento que los contienen.

Las fibras de polipropileno, tienen una excelente resistencia a los álcalis, incluso a temperaturas que pueden ir hasta 110 °C. Son fibras durables y poco costosas. Sin embargo, generalmente se afirma que las fibras de polipropileno son técnicamente insuficientes cuando se trata de reforzar los materiales cuya matriz a base de cemento es relativamente quebradiza.

Ya se ha tratado previamente de mejorar las fibras de polipropileno, especialmente mediante la incorporación de aditivos en la masa de las fibras. El documento JP 6-219797 de Daïwabo Create, describe fibras de polipropileno bicompuestas que contienen en su parte periférica, carbonato de calcio. En la patente británica 2.030.891, se introducen mediante bombardeo partículas desiguales en las fibras termoplásticas.

Los documentos GB-2.021552, WO 94/20654, EP-A-O 240.167, y WO 87/04144 describen productos de toma hidráulica cuyas fibras de refuerzo están realizadas a partir de polímero modificado. Las fibras son, por lo tanto, modificadas cada vez en la masa, lo cual implica numerosas desventajas.

Esta incorporación de aditivos en la masa, incluso de fibras de polipropileno aumenta el costo de fabricación e implica una modificación de las características mecánicas de la fibra de refuerzo, especialmente porque disminuye su tenacidad.

El documento EP .310.100 describe asimismo, fibras de poliolefina que contienen partículas inorgánicas incluídas en la masa de la fibra, no quedando ninguna de las partículas expuesta en la superficie de la fibra. Estas fibras se fabrican a partir de una película que puede haber sido sometida a ciertos tratamientos de superficie. Los tratamientos de superficie mencionados consisten en modificaciones químicas, eléctricas o mecánicas de la fibra. Este documento menciona igualmente la aplicación de agentes tensioactivos en la superficie de la fibra.

Se conocen además fibras de polipropileno estereoregulares que tienen una resistencia a la tracción elevada (EP 0.525.737 de Daïwabo). En la patente europea EP-A-O 537.129, correpondiente a la Patente Argentina No. 250.524, concedida el 18 de Abril de 1997, se describen productos manufacturados configurados sólidos de cemento reforzados con este tipo de fibras de polipropileno.

Un problema que todavía surge en los productos de fibrocemento en las placas reforzadas con este tipo de fibras es la aparición de grietas en los bordes de la placa en particular en el curso del envejecimiento a largo término de estos productos.

Por otra parte, el trabajo de ruptura tiene una importancia considerable para la utilización de los productos de fibrocemento. Se busca un valor elevado (producto de alta ductilidad). Además una alta ductilidad es importante con el fin de poder, si surge el caso, maquinar las piezas de fibrocemento : perforar, clavar, aserrar, etc. Finalmente aumenta también la seguridad en el curso de la utilización de los productos, tales como los techos, debido a que se evitan rupturas demasiado rápidas o demasiado violentas bajo carga.

En los productos de fibrocemento no comprimidos, reforzados con fibras de polipropileno, el trabajo de ruptura tiene generalmente un valor muy débil.

En vista de las razones enumeradas precedentemente, en particular debido a su débil resistencia al agrietamiento y su débil trabajo de ruptura, la utilización de los productos de fibrocemento comprimidos y no comprimidos, cuyas fibras de refuerzo son fibras de polipropileno, permanece hasta el presente muy limitada.

Puede observarse que ciertas fibras de polipropileno son utilizadas, en pequeñas cantidades, en productos de asfalto, para reducir el agrietamiento del asfalto. Se conocen por ejemplo fibras comercializadas bajo el nombre Crackstop ®. Este tipo de fibra tiene propiedades mecánicas insuficientes y por lo tanto es totalmente inadecuada para reforzar productos de fibrocemento tales como los elementos para techos o fachadas.

Efectivamente, los productos de fibrocemento se caracterizan por una relación muy grande de superficie/espesor. El problema del agrietamiento de dichos productos es por lo tanto completamente diferente del de los productos macizos de asfalto. En los productos de fibrocemento, las fibras deben cumplir realmente una función de refuerzo, mientras que en los productos de asfalto, la cantidad de fibras es netamente menos importante y no cumple realmente esta función de refuerzo. Además, las proporciones de los diferentes constituyentes, especialmente del cemento, son muy diferentes en los productos de fibrocemento y en los productos de asfalto. Asimismo, las condiciones de puesta en práctica y las condiciones de utilización son en realidad muy diferentes.

Se ha descubierto sin embargo de manera inesperada y sorprendente que las fibras de polipropileno, incluso las comunes, pero que han sido sometidas a un simple tratamiento de superficie con ayuda de una dispersión acuosa de polímeros, dan buenos resultados, es decir que es posible realizar un producto configurado de fibrocemento que presenta un trabajo de ruptura elevado y una buena resistencia al agrietamiento, mediante fibras de polipropileno que han sido sometidas a este tratamiento de superficie.

La invención tiene como objetivo procurar productos configurados de fibrocemento que evitan los inconvenientes que son propios del estado de la técnica actual conocida

Uno de los objetivos de la invención es especialmente el de procurar un producto configurado de fibrocemento que presenta buenas propiedades mecánicas, tales como un trabajo de ruptura elevado y una buena resistencia al agrietamiento, con bajo precio de costo total.

La presente invención tiene como objetivo una fibra de polipropileno para reforzar productos configurados con fibrocemento, fabricados mediante una composición de toma hidráulica que comprende especialmente agua, aglomerantes hidráulicos y fibras de refuerzo. Las fibras según la invención comprenden un depósito de polímero orgánico que comprende monómeros olefínicos y que comprende grupos polares, habiendo sido aplicado por tratamiento de superficie con ayuda de una dispersión acuosa de este polímero.

Según un modo de ejecución, dicha dispersión acuosa comprende, sola o en mezcla, un polímero orgánico elegido entre los homopolímeros y copolímeros de monómeros olefínicos modificados después de la síntesis (por ejemplo por injerto) con grupos polares.

Dichos grupos polares se eligen, por ejemplo, entre anhídrido maleico, ácido acrílico, o ácido metacrílico.

Dicha dispersión acuosa puede comprender también, solo o en mezcla, un polímero orgánico elegido entre los homopolímeros y copolímeros de monómeros olefínicos modificados por oxidación.

Dicha dispersión acuosa puede comprender también, solo o en mezcla, un polímero orgánico elegido entre los copolímeros de un monómero olefínico y de un monómero polar, tal como, por ejemplo, ácido metacrílico y ácido acrílico eventualmente neutralizado por iones..

En una manera ventajosa, las fibras de polipropileno que han sido sometidas a dicho tratamiento, comprenden desde 0,05 a 5 % en peso y preferiblemente de 0,15 a 1,5 % en peso de dicho depósito de polímero orgánico que comprende grupos polares, en relación al peso de la fibra.

Las fibras de polipropileno según la invención, tienen, de manera preferida, un denier (d) comprendido entre 0,5 y 10, y de manera aún más preferida entre 0,5 y 2.

Las fibras pueden estar cortadas ventajosamente en una longitud que puede estar comprendida entre 2 a 20 mm; preferiblemente la longitud de las fibras está escalonada entre 5 a 10 mm. La sección de las fibras puede ser circular o puede tener una forma irregular, por ejemplo forma de X o Y. Las fibras pueden estar en forma crepé durante el tiempo en que son estiradas o después. La técnica de formación de crepé de las fibras puede incluir operaciones tales como falsa torsión, el tratamiento de enmarañamiento mediante corriente de aire (que comprende el tratamiento TASLAN) o el tratamiento por compresión (a saber en el prensa-estopas).

Las fibras según la invención pueden obtenerse igualmente por fibrilación de una película de polipropileno extruído. Las fibras pueden presentar entonces una forma de cinta.

Las fibras de refuerzo pueden obtenerse a partir de resina de cualquier tipo de polipropileno corrientemente utilizado.

Las fibras de polipropileno, o una parte de las fibras de polipropileno, pueden comprender eventualmente cargas. Pueden comprender eventualmente, además, un agente de hidrofilización tal como una sal de metal alcalino de alquilfosfato, tal como una sal de sodio o de potasio, que comprende ventajosamente de 8 a 18 átomos de carbono.

Según una variante de ejecución, las fibras según la invención o una parte

de las fibras según la invención, pueden estar constituidas por polipropileno altamente cristalino que tiene, por ejemplo una resistencia a la ruptura en estado de fibras superior a 490 N/mm2, una relación de peso molecular medio en masa a peso molecular medio en número (Q) < a 4,5, un tenor de constituyentes insolubles (HI) comprendido entre 97 y 100 y una fracción de pentadas isotácticas en moles (IPF) comprendida entre 94 y 100..

Según otra forma de ejecución de la invención, las fibras de refuerzo, o una parte de las fibras de refuerzo, pueden ser fibras de polipropileno bicompuestas, que consisten, por ejemplo en un núcleo y una capa externa, cuya capa externa contiene partículas de carbonato de metales alcalino-térreo, tales como por ejemplo carbonato de calcio, carbonato de magnesio o sus mezclas.

La presente invención tiene igualmente como objetivo, un procedimiento de tratamiento de superficie de fibras de polipropileno para el refuerzo de productos de fibrocemento; este procedimiento consiste en poner las fibras de polipropileno en contacto con una dispersión acuosa de polímeros orgánicos que comprende monómeros olefínicos y que comprende grupos polares.

De manera preferida, la concentración de la dispersión acuosa es de 0,5 a 40 % de polímeros orgánicos.

De manera particularmente ventajosa, dicho tratamiento de superficie se realiza poniendo en contacto las fibras con un rodillo aplicador que se sumerge en un baño de tratamiento que comprende dicha dispersión acuosa. Pueden considerarse todas las otras formas de tratamiento tal como las aplicaciones por inmersión, por aspersión, o por cortina.

Según la técnica utilizada para el tratamiento de superficies, la concentración de la dispersión debe estar ajustada. Para los tratamientos por medio de baños, la dispersión acuosa tiene preferiblemente, una concentración de polímeros orgánicos comprendida entre 0,5 y 10 % de materias secas. Para los

tratamientos de superficie por aspersión, las concentraciones preferidas de la dispersión están por ejemplo comprendidas entre 10 y 40% de materia seca.

Dicho tratamiento de superficie se realiza, a elección, antes, durante o después de la etapa de estiramiento de las fibras. Según sea el caso, el tratamiento se realiza sobre fibras calientes o frías.

Pueden eventualmente preverse varios tratamientos de superficie, en la fabricación de las fibras de refuerzo. Generalmente, el baño de tratamiento puede regularse entre 20 y 80° C.

La presente invención tiene también por objetivo, productos configurados de fibrocemento que comprenden fibras de refuerzo tal como las descritas precedentemente y fibras de refuerzo tratadas mediante el procedimiento descrito precedentemente.

De manera preferida, los productos de fibrocemento comprenden de 0,3 a 4% y de manera aún más preferida de 0,5 a 2,5 % en peso en relación a la mezcla seca total inicial, de fibras de polipropileno según la invención.

Los productos de fibrocemento de acuerdo con la invención pueden comprender además fibras inorgánicas o fibras orgánicas distintas de las fibras de polipropileno según la invención.

Ejemplos de fibras orgánicas que pueden utilizarse en combinación con las fibras de polipropileno tratadas, son las fibras de poliacrilonitrilo, de poli(alcohol vinílico), de poliamida, de poliéster, de aramida, de carbono y de poliolefinas.

Ejemplos de fibras inorgánicas que pueden ser utilizadas en combinación con las fibras de polipropileno tratadas son las fibras de vidrio, la lana de roca, la lana de lechada, las fibras de wollastonita, las fibras de cerámica y análogas.

Por razones de simplificación, se hace referencia al cemento como aglomerante preferido en la presente descripción, Sin embargo, todos los otros aglomerantes de toma hidráulica pueden ser utilizados, en lugar de cemento. Los

aglomerantes de toma hidráulica apropiados se considera que son los materiales que contienen un cemento inorgánico y/o un aglomerante o adhesivo inorgánico que endurece por hidratación. Son aglomerantes particularmente apropiados que endurecen por hidratación, especialmente, por ejemplo, el cemento Portland, el cemento de alto tenor de alúmina, el cemento Portland de hierro, el cemento de trass, el cemento de lechada, el yeso, los silicatos de calcio formados por tratamiento en autoclave y las combinaciones de aglomerantes particulares.

Se agregan frecuentemente a los aglomerantes cargas de los aditivos más diversos que pueden mejorar por ejemplo el comportamiento de escurrimiento de las suspensiones sobre las máquinas de escurrimiento. Son aditivos posibles los materiales tales como cenizas voladoras, sílice amorfa, cuarzo molido, roca molida, arcillas, lechadas de altos hornos, carbonatos, puzzolanos etc. La cantidad total de cargas es preferiblemente inferior al 50 % en peso en relación al peso total inicial en estado seco del producto.

El producto según la invención puede comprender, además, fibras para la utilización, preferiblemente, en una cantidad igual o inferior a 10 % en peso en relación al peso total inicial ene estado seco del producto.

El producto según la invención puede ser, por ejemplo un element9o de techado o de fachada, tal como una placa plana, una placa ondulada o cualquier otro elemento accesorio de formas diversas.

La invención se describe a continuación de manera más detallada con ayuda de ejemplos particulares de realización.

EJEMPLOS

En los ejemplos siguientes, productos de fibrocemento reforzados con fibras de polipropileno tratadas según la invención, se compararon con productos de fibrocemento realizados con las mismas fibras de polipropileno no tratadas.

Baños de tratamiento utilizados

<u>Baño 1</u>): Composición MICHEM ® emulsión 94340-E de Michelman Int'l & Co., diluída con agua, hasta una concentración de 4 % de materias secas.

Esta es una dispersión acuosa que comprende polipropileno injertado con anhídrido maleico del tipo Epolene ® E-43 de Eastman Chemical. La dispersión tiene las características siguientes :

- agentes emulsionantes : no iónicos
- tamaño medio de las partículas : 40 nm
- pH: 7,5 9,0

<u>Baño 2</u>): igual composición que en el baño 1), diluida al 4 % a la cual se agrega 0,1 % de agente tensioactivo del tipo Silwet ® L-77 de OSI Specialities (alfa-1,1,1,3,5,5,5-Heptametil-trisiloxanilpropil-omega metoxi-poli(etileno-óxido).

<u>Baño 3</u>): composición nº M 5984 de Michelman Int'I & Co., diluída con agua hasta una concentración de 4 % de materias secas, a la cual se agregó 0,1 % de agente tensioactivo del tipo Silwet ® L-77 de OSI Specialities.

La composición nº M 5984 es una dispersión acuosa que comprende un copolímero de etileno-propileno injertado al anhídrido maleico del tipo A-C ® X 597 de Allied Signal.

<u>Baño 4</u>): composición nº M 93935 de Michelman Int'l & Co., diluídos con agua hasta una concentración de 4% de materias secas, a la cual se agregó 0,1 % de agente tensioactivo del tipo Silwet ® L-77 de OSI Specialities.

La composición M 93935 es una dispersión acuosa que comprende un

polietileno de alta densidad (HDPE) oxidado del tipo AC ® 392 HDPE de Allied Signal. La dispersión tiene las siguientes características :

- agentes emulsionantes : no iónicos

- tamaño medio de las partículas : 40 nm

- pH: 9,0 - 10,5

<u>Baño 5</u>): Composición Aquacer 524 de Byk-Cera, diluída con agua hasta una concentración de 4 % de materias secas.

Esta es una dispersión acuosa que comprende polipropileno injertado con anhídrido maleico del tipo Epolene ® E-43 de Eastman Chemical. La dispersión comprende agentes emulsionantes aniónicos.

<u>Baño 6</u>): Composición Aquacer 841 de Byk-Cera, diluída con agua hasta una concentración de 4 % de materias secas.

Esta es una dispersión acuosa que comprende polipropileno injertado con anhídrido maleico del tipo Epolene ® E-43 de Eastman Chemical. La dispersión comprende agentes emulsionantes catiónicos.

<u>Baño 7</u>): misma composición que el baño 1) pero diluída hasta una concentración de materias secas (polipropileno injertado) de 0,2 %.

<u>Baño 8</u>) : misma composición que el baño 1) pero diluida hasta una concentración de materias secas (polipropileno injertado) de 1,0 %.

<u>Baño 9</u>) Composición Aquaseal ® 1127 de Paramelt B.V. diluída hasta una concentración de materias secas de 1 %.

Esta composición es una dispersión acuosa de un copolímero de etileno y

4. . . .

de ácido metacrílico.

<u>Baño 10</u>) : misma composición que el baño 9) pero diluída hasta una concentración de materias secas (copolímero de etileno y de ácido metacrílico) de 4 %

<u>Baño 11</u>) Composición Aquaseal ® 1088 de Paramelt B.V. diluída hasta una concentración de materias secas de 1 %.

Esta composición es una dispersión acuosa de un copolímero de etileno y de ácido metacrílico neutralizado con los iones Na + (ionómero).

<u>Baño 12</u>): igual composición que para el baño 11) pero diluida hasta una concentración de materias secas (copolímero de etileno y de ácido metacrílico neutralizado con iones Na+) de 4 %.

Igualmente se realizaron varios ensayos en blanco para demostrar la diferencia entre las fibras tratadas según la invención y las fibras del estado de la técnica tratadas con los agentes tensioactivos conocidos. Estos agentes no entran en la definición de los polímeros que comprenden monómeros olefínicos y que comprenden grupos polares :

<u>Blanco A</u>: Composición que comprende 4 % de agente humectante a base de Siloxano modificado (utilizado para convertir las fibras de polipropileno en fibras hidrofílicas) de la sociedad SCHILL UND SEILACHER.

<u>Blanco B</u>: Composición que comprende 4 % de Lurol PP-5030-30 % (mezcla de emulsionante, lubricante y antiestáticos) de la sociedad GOULSTON

TECHNOLOGIES.

<u>Blanco C</u>: Composición que comprende 4 % de hexanol (utilizado corrientemente como agente humectante).

Preparación de fibras de polipropileno

Gránulos de resina de polipropileno standard (punto de fusión 165 ° C, índice de fluidez o "melt flow index" (MFI9 de 25) se calentaron en una extrusora (variando la temperatura en la punto de la extrusora entre 240° C y 280 °C) y se hilaron de manera clásica.

Las fibras fueron luego estiradas con equipos clásicos.

Según un primer procedimiento de preparación, el hilado y el estiramiento de las fibras se realizó de manera discontínua. Según otro procedimiento de preparación, el hilado y el estiramiento se realizaron de manera contínua.

Las fibras tienen entonces las siguientes características :

- título : 1,18 dtex

- tenacidad : 730 N/mm²

- módulo inicial: 7460 n/mm²

-alargamiento a la ruptura : 19,0 %.

Después del estiramiento, las fibras fueron impregnadas en uno de los baños de tratamiento descritos precedentemente, mediante contacto con un rodillo aplicador sumergido en el baño de tratamiento. La cantidad de materia seca del baño de tratamiento aplicada sobre las fibras mediante este tratamiento es de aproximadamente 0,15 % a 1,5 % en peso en relación al peso de la fibra.

Esta concentración se mide por resonancia magnética nuclear (RMN) con ayuda de un aparato comercial OXFORD RMN QP 20+. Este equipo se utiliza de manera standard para cuantificar las terminaciones de superficies aplicadas

sobre las fibras, especialmente en la tecnología textil. Este aparto está concebido para determinar I concentración de un componente determinado que contiene los protones en su estructura molecular.

Se efectuaron igualmente ensayos comparativos :

1 ° sin impregnación en el baño de tratamiento,

2º con impregnación en las composiciones de agentes tensioactivos (Blanco A, Blanco B y Blanco C)

Las fibras fueron luego cortadas de manera clásica hasta una longitud de 8 mm antes de utilizarlas en las mezclas de materiales de construcción.

En los ejemplos 1 a 6 que se dan a continuación, la impregnación con el baño de tratamiento se realizó después del estiramiento de las fibras, pero es igualmente posible realizar este tratamiento durante la etapa de estiramiento o directamente después de la hilatura, antes del estiramiento de las fibras. En el ejemplo 1 bis siguiente, el tratamientos e efectuó entre la etapa de hilatura y al etapa de estiramiento de las fibras.

EJEMPLOS 1 A 6 Y 1 bis

Preparación de las mezclas y puesta en obra en la máquina Hatschek.

Los compuestos siguientes se mezclaron con agua :

- 77,2 % de cemento,
- 1,8 % de fibras de polipropileno tratadas en la superficie con uno de los baños descritos precedentemente,
 - 3,0 % de sílice amorfa, y
 - 15 % de cenizas voladoras.

Las concentraciones dadas son las concentraciones de sólidos en relación

a la materia seca total.

Se diluye esta suspensión con agua hasta una concentración de 30 g por litro y se la transfiere a continuación a la cuba de una máquina Hatschek.

Poco antes de la introducción de la suspensión en la cuba, se agregan 200 ppm de un agente de floculación del tipo de poliacrilamida para mejorar la retención del cemento.

Se producen placas con ayuda de la máquina con 22 vueltas del cilindro de formación.

Las placas se prensan a continuación entre dos moldes de acero aceitados en una prensa bajo una presión específica aplicada de 180 bares (17,7 MPa)m, hasta alcanzar un espesor medio de 5,5 mm.

Se hacen endurecer las hojas bajo cubierta de material plástico durante 28 horas bajo una humedad relativa de 100 % a 20 °C.

Ensayos mecánicos de resistencia a la flexión y al agrietamiento

Se ejecutan los ensayos mecánicos en estado seco, al aire. Se determina en principio la resistencia a la flexión de las muestras en una máquina de ensayo mecánico en el curso de un ensayo clásico de flexión sobre tres puntos.

El aparato registra la curva de esfuerzo-deformación. El trabajo de ruptura bajo carga máxima (IMOR) expresado en joules por m² (J/m²) es integral de la función esfuerzo-deformación hasta la carga de ruptura.

Se determina igualmente la resistencia al agrietamiento mediante un ensayo severo concebido para provocar agrietamientos a lo largo de los bordes de los productos de fibrocemento (ensayo de "cracking").

Las grietas se obtuvieron creando artificialmente un gradiente de humedad entre los bordes de la parte central de las placas mediante un secado diferencial entre las zonas exteriores e interiores del producto.

A tal efecto, una serie de placas de fibrocemento fabricadas en una máquina Hatschek, comprimidas y a las que se dejó endurecer bajo atmósfera húmeda durante 28 días tal como se ha descrito precedentemente, se cortaron en cuadrados de 30 x 30 cm y se apilaron unas sobre las otras, insertándo un intercalador cada 10 piezas.

La parte superior y la inferior de la pila (aproximadamente 40 placas) están provistas de dos placas de recubrimiento apropiadas no absorbentes de un materia tal como acero o poliéster. La pila se coloca en una estufa ventilada a 60 °C durante 24 H.

Las grietas aparecen entonces sobre los bordes de las placas. Las placas son examinadas una a una y se miden las longitudes de las grietas visibles a simple vista. Las longitudes de las grietas de cada placa son agregadas y totalizadas con 5 placas.

Los resultados se dan en la tabla I siguiente.

TABLA I

Tratamientos		Propiedades mecánicas de las placas de fibrocemento comprimidas	
	Concentración de la emulsión aplicada (%)	Trabajo de ruptura (IMOR) (J/m²)	Longitud total de las grietas para 5 placas (cm)
Ninguno		1174	15,9
Baño 1 Después de estiramiento	0,8	1490 (+ 27 %)	7,0 (-56 %)
Baño 1 Antes de estiramiento		1450 (+24 %)	8,1 (-49 %)
Baño 2 Después de estiramiento	1,3	1564 (+33%)	2,5 (-84%)
Baño 3 Después de estiramiento	1,3	1913 (+63 %)	9,7 (-39 %)
Baño 4 Después de estiramiento	0,5	1394 (+ 19 %)	6,2 (-61%)
Baño 5 Después de estiramiento	1,4	2054 (+ 75 %)	6,8 (-57 %)
Baño 6 Después de estiramiento	0,6	1511 (+ 29 %)	7,1 (-55 %)
Blanco A		1050	14
Blanco B		950	16
Blanco C		980	16

Puede deducirse de la tabla I precedente, que los productos de fibrocemento comprimidos reforzados con fibras de polipropileno tratados en la superficie con uno de los 6 baños descritos, presentan un trabajo de ruptura más importante (aumento de 19 a 75 %) que el del producto de fibrocemento utilizando las mismas fibras de polipropileno pero sin tratamiento.

Esta mejora del trabajo de ruptura es igualmente observado en relación a los productos de fibrocemento cuyas fibras de polipropileno han sido tratadas con un agente tensioactivo (Blanco A, B o C).

Asimismo, los productos según la invención, presentan en el ensayo de agrietamiento una disminución importante de la longitud total de las grietas medias (de 39 a 84 % según los casos), ya sea en relación al producto que comprende las fibras que no han sido sometidas a tratamiento o en relación a los productos que comprenden las fibras que han sufrido un tratamiento con ayuda de uno de los blancos A a C.

EJEMPLOS 7 A 12

Preparación de las mezclas y puesta en obra sobre una máquina Hatschek

Se utilizó aquí el mismo procedimiento de preparación que el descrito para los ejemplos 1 a 6 dejando de lado el hecho de que los productos no fueron comprimidos.

Las placas producidas con ayuda de la máquina Hatschek se dejaron endurecer por lo tanto directamente sin etapa de prensado intermedia.

Los resultados se reunieron en la tabla II siguiente.

TABLA II

Tratamientos		Propiedades mecánicas de las placas de fibrocemento comprimidas	
	Concentración de la emulsión aplicada (%)	Trabajo de ruptura (IMOR) (J/m²)	Longitud total de las grietas medida para 5 placas (cm)
Ninguno		360	52,3
Baño 7	0,17	1027 (+ 185 %)	42,5 (-19 %)
Baño 8	0,25	1320 (+267 %)	39,9 (-24 %)
Baño 9		1136 (+ 215 %)	
Baño 10	٠	1925 (+ 433 %)	
Baño 11		1313 (+265%)	
Baño 12		1089 (+ 202 %)	
Blanco A		370	52
Blanco B		380	49
Blanco C	•	302	55

Tal como sucede con los productos de fibrocemento comprimidos, para los productos no comprimidos, puede deducirse de la tabla II precedente, que el tratamiento de superficie de las fibras de polipropileno ordinario con uno de los baños 7 a 12 descritos precedentemente, proporciona en el producto terminado un aumento importante del trabajo de ruptura (aumento de 202 a 403 % en relación al producto cuyas fibras no han sufrido el tratamiento). Esta mejora del trabajo de ruptura es igualmente notable en relación a los productos de fibrocemento cuyas fibras de polipropileno han sido tratadas con el agente tensioactivo (Blanco A,B ó C). Asimismo, los valores medidos de longitud total de las grietas para los productos no comprimidos según la invención muestran una disminución de 19 a 24 % en relación al producto cuyas fibras no han sido sometidas a tratamiento. Esta mejora del agrietamiento se observa igualmente en relación a los productos cuyas fibras han sido tratadas con uno de los Blancos A a C.

La invención permite por lo tanto un tratamiento de superficie, simple y no costoso, de las fibras de polipropileno, un aumento del trabajo de ruptura y un mejoramiento de la resistencia al agrietamiento de los productos de fibrocemento reforzados con estas fibras. Este tratamiento puede aplicarse a cualquier tipo de fibra de polipropileno.

Los efectos de este tratamiento son particularmente inesperados. A pesar del muy corto tiempo de contacto de las fibras con la composición del baño de tratamiento, la adhesión de las partículas sobre la fibra parece ser importante. Estos efectos son mucho más inesperados debido a que, a pesar de la mezcla de las fibras y del cemento en una gran cantidad de agua y bajo una importante agitación, en la fabricación de los productos de fibrocemento, se conserva el efecto del tratamiento de las fibras.

Cabe observar además que estos resultados se obtienen cuando los productos de fibrocemento se someten a pruebas bajo condiciones muy desfavorables para medir el trabajo de ruptura, es decir en estado seco, al aire.

REIVINDICACIONES

Habiendo así especialmente descrito y reivindicado la naturaleza de la presente invención y la forma como la misma ha de ser llevada a la práctica, se declara reivindicar como de propiedad y derecho exclusivo:

- 1. Fibra de polipropileno para el refuerzo de productos de fibrocemento, caracterizada porque comprende en la superficie un depósito de polímero orgánico que comprende monómeros olefínicos y porque comprende grupos polares, aplicándose este depósito por tratamiento de la superficie con ayuda de una dispersión acuosa de este polímero.
- 2. Fibra según la reivindicación 1, caracterizada porque dicho polímero orgánico se elige entre los homopolímeros y copolímeros de monómeros olefínicos modificados después de la síntesis con los grupos polares.
- 3. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dichos grupos polares se eligen entre anhídrido maleico, ácido acrílico o ácido metacrílico.
- 4. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicho polímero orgánico se elige entre los homopolímeros y copolímeros de monómeros olefínicos modificados por oxidación.
- 5. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicho polímero orgánico se elige entre los copolímeros de un monómero olefínico y de un monómero polar, eventualmente neutralizado con iones.
- 6. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque el denier (d) de las fibras de polipropileno está comprendido entre 0,5 y 10.

- 7. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones precedentes *caracterizada* porque la longitud de las fibras de polipropileno está comprendida entre 2 y 20 mm.
- 8. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicho depósito representa de 0,05 a 5 % en peso de materia seca en relación a la materia seca de la fibra.
- 9. Procedimiento de tratamiento de superficie de las fibras de polipropileno para el refuerzo de los productos de fibrocemento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, *caracterizado porque* las fibras se ponen en contacto con una dispersión acuosa de polímeros orgánicos que comprenden monómeros olefínicos y que comprenden grupos polares.
- 10. Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque dicha dispersión acuosa comprende de 0,5 a 40 % de polímeros orgánicos que comprenden monómeros olefínicos y grupos polares.
- 11. Producto formado con fibrocemento fabricado mediante una composición de toma hidráulica caracterizado porque dicha composición comprende agua, aglomerantes hidráulicos y fibras de refuerzo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 12. Producto formado con fibrocemento fabricado mediante una composición de toma hidráulica caracterizado porque dicha composición comprende agua, aglomerantes hidráulicos y fibras de refuerzo tratadas con el procedimiento de tratamiento según cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10.
- 13. Producto según cualquiera de las reivindicaciones 11 y 12, caracterizado porque comprende de 1 a 5 % en peso en relación a la mezcla seca total inicial, de fibras de refuerzo.

14. Producto según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado porque consiste en una placa ondulada o plana.

p.p. de REDCO S.A.

<u>RESUMEN</u>

Fibras de Polipropileno para el Refuerzo de Productos de Fibrocemento,

Procedimiento de Tratamiento de Superficie de Fibras de Polipropileno y Producto

Formado con Fibrocemento Fabricado con las mismas

La invención se refiere a fibras de polipropileno para el refuerzo de productos de fibrocemento así como también al procedimiento de tratamiento de estas fibras y de los productos de fibrocemento reforzado con dichas fibras.

Las fibras según la invención comprenden, en superficie, un depósito de polímeros orgánicos que comprenden monómeros olefínicos y que comprenden grupos polares; este depósito se obtiene por tratamiento de la superficie con ayuda de una dispersión acuosa de dichos polímeros.

Los productos de fibrocemento según la invención presentan características de trabajo de ruptura mejoras, así como también una mejor resistencia al agrietamiento.